

PCT/KR 03/02413

RO/KR 13.11.2003

REC'D 25 NOV 2003

WIPO

PCT



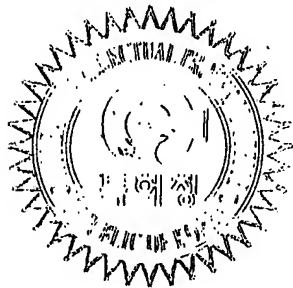
별첨 사본은 아래 출원의 원본과 동일함을 증명함.

This is to certify that the following application annexed hereto
is a true copy from the records of the Korean Intellectual
Property Office.

출원번호 : 10-2002-0074327
Application Number

출원년월일 : 2002년 11월 27일
Date of Application NOV 27, 2002

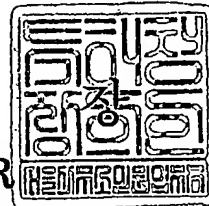
출원인 : 주식회사 포스코
Applicant(s) POSCO



2003 년 11 월 06 일

특 허 청

COMMISSIONER



**PRIORITY
DOCUMENT**

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

【서지사항】

【서류명】	특허출원서
【권리구분】	특허
【수신처】	특허청장
【참조번호】	0003
【제출일자】	2002.11.27
【국제특허분류】	C21D 8/12
【발명의 명칭】	자성이 우수한 고규소 방향성 전기강판 제조방법
【발명의 영문명칭】	Method for manufacturing high silicon grain-oriented electrical steel sheet with superior magnetic properties
【출원인】	
【명칭】	주식회사 포스코
【출원인코드】	1-1998-004076-5
【대리인】	
【성명】	손원
【대리인코드】	9-1998-000281-5
【포괄위임등록번호】	1999-047186-5
【대리인】	
【성명】	김성태
【대리인코드】	9-1999-000487-4
【포괄위임등록번호】	2000-032383-6
【발명자】	
【성명의 국문표기】	최규승
【성명의 영문표기】	CHOI, Kyu Seung
【주민등록번호】	520108-1273919
【우편번호】	790-785
【주소】	경북 포항시 남구 괴동동1번지 (주)포스코내
【국적】	KR
【취지】	특허법 제42조의 규정에 의하여 위와 같이 출원합니다. 대리인 손원 (인) 대리인 김성태 (인)
【수수료】	
【기본출원료】	18 면 29,000 원
【가산출원료】	0 면 0 원

1020020074327

출력 일자: 2003/11/10

【우선권주장료】	0	건	0	원
【심사청구료】	0	항	0	원
【합계】	29,000			원
【첨부서류】	1. 요약서·명세서(도면)_1통			

【요약서】

【요약】

자성이 우수한 고규소 방향성 전기강판 제조방법이 제공된다.

본 발명은, 강슬라브를 재가열한후 열간압연하고, 열연판소둔 및 냉간압연으로 그 두께를 조정하며, 탈탄소둔한후 2차재결정소둔하는 공정으로 이루어진 방향성 전기강판 제조공정에 있어서,

상기 탈탄소둔처리된 강판 표면에,

MgO 분말 100중량부; 및 상기 MgO분말 기준으로, 그 입도가 -325mesh이고 Si를 25~70중량% 함유하는 Fe-Si계 소성분말 0.5~85중량부;를 포함하여 조성되는 침규확산용 분말도포제를 슬러리 상태로 도포한후 건조시키고,

이어, 700℃이상에서 상기 MgO중 휘발수분이 0.1%이하가 되도록 상기 건조된 강판을 500℃이하의 저온에서 균열하여 MgO중 휘발가능 수화수분(LOI)을 배출하고, 1100℃까지의 승온구간 중에는 100%질소가스 분위기에서 가열하여 침규소량을 0.25%이하로 제어하며, 그 이후, 분위기가스를 10%이하 질소함유 수소분위기로 제어하여 침규확산을 완성하는 고온소둔을 행하는 것을 특징으로 하는 자성이 우수한 고규소 방향성전기강판 제조방법

【색인어】

방향성 전기강판, 분말도포제, Fe-Si, 침규제

【명세서】

【발명의 명칭】

자성이 우수한 고규소 방향성 전기강판 제조방법{Method for manufacturing high silicon grain-oriented electrical steel sheet with superior magnetic properties}

【발명의 상세한 설명】

【발명의 목적】

【발명이 속하는 기술분야 및 그 분야의 종래기술】

<1> 본 발명은 방향성 전기강판 제조시 자기적 특성, 특히 철손을 개선시킬 수 있는 고규소 방향성 전기강판 제조에 관한 것으로서, 보다 상세하게는, 종래의 일반적인 제조공정법을 이용하면서도, 소둔분리제인 MgO에 소정의 입도와 조성을 갖는 침규제를 슬러리형태로 강판에 도포한 후 고온소둔공정에서 2차재결정 종료시점까지 침규속도를 최소화로 제어하고, 후속하는 온도에서 고규소 침규확산이 되도록 제어함으로서 침규소화에 따라 우수한 자기적특성을 확보할 수 있는 고규소 방향성 전기강판 제조방법에 관한 것이다.

<2> 전기강판은 방향성 전기강판과 무방향성 전기강판으로 대별되는데, 통상 방향성전기강판이란 3% Si성분을 함유한 것을 특징으로 하여 결정립의 방위가 (110)[001]방향으로 정렬된 집합조직을 가지고 있으며 이 제품은 압연방향으로 극히 우수한 자기적특성을 가지고 있으므로 이 특성을 이용하여 변압기, 전동기, 발전기 및 기타 전자기기등의 철심 재료로 사용된다.

- <3> 최근에 들어 전기기기의 다양화에 따라 고주파영역에서 작동되는 기기에 대한 수요가 늘면서 고주파에서 자기적 특성이 우수한 철심소재에 대한 욕구가 증대되기 시작하였다.
- <4> 한편, Fe-Si 합금에서 규소함량이 증가할수록 철손중에서 이력손, 자왜, 보자력, 자기이방성이 감소하고 최대투자율이 증가하므로 고규소강제품은 우수한 연자성재료라 말할 수 있다. 이때 자왜의 감소 및 최대투자율의 증대는 규소함량의 증가에 따라 무한정 증가하는 것이 아니고 6.5%Si강에서 최고치를 보이며 또한 6.5%Si강은 상용주파수 뿐 만 아니라 고주파영역에서도 자기적 특성이 최고상태에 도달한다는 것은 전부터 잘 알려진 사실이다. 이러한 고규소강의 우수한 고주파수대의 자기적특성을 이용하여 가스터빈용 발전기, 전차전원, 유도가열장치, 무정전 전원장치등의 고주파 리액터와 도금전원, 용접기, X-선 전원등의 고주파변압기에 주로 적용할 수 있으며 주로 방향성규소강판의 대체재로 사용되고 있고, 그 외에도 모터의 소모전력을 줄이고 효율을 높이는 용도로 적용이 가능하다.
- <5> 그런데 Fe-Si강에서 규소함량이 증가할수록 규소강판의 연신율은 급격히 작아지므로, 3.5%이상의 규소를 함유하는 규소강판을 냉간압연법으로 제조하는 것은 거의 불가능한 것으로 알려져 있다. 따라서 규소함량이 높을수록 우수한 자기적특성을 얻을 수 있다는 사실을 알고 있음에도 불구하고 현존 기술로는 냉간압연법의 한계점으로 인식되어 냉간압연법의 한계를 극복할 수 있는 새로운 대체기술의 연구가 오래 전부터 시도되고 있다.
- <6> 지금까지 고규소강판을 제조 할 수 있는 방법으로 알려진 기술들은 일특개소 56-3625호등의 단를 또는 쌍를을 이용한 고규소강의 직접주조법이 있고, 일 특개소 62-103321호등의 적정온도의 가열상태에서 압연하는 온간압연법, 일특개평 5-171281호등의 내부에 고규소강을 넣고 외부에

저규소강을 넣은 상태에서 압연하는 크래드압연법이 알려져 있으나 이러한 기술들은 아직까지 상용화되지는 못하고 있는 실정이다.

<7> 현재 고규소화 제품으로서 양산중인 기술은 3%급 무방향성제품을 SiCl_4 가스를 이용한 화학증착법(CVD법)으로 규소성분을 소재표면에 부화시킨 후 확산소둔시켜 고규소강을 제조하는 기술로서, 이 기술은 일특개소 62-227078 및 미국 USP 3423253등에 잘 알려져 있다. 그러나 화학증착 후 확산소둔처리법은 화학증착기술 자체의 어려움으로 인해 기존 3%Si강 제품에 비해 약5배 이상의 고가격 판매가 불가피하여 우수한 자기적특성을 갖고 있는 제품임에도 불구하고 대중화 및 실용화에 어려움을 겪고 있다.

<8> 현재 시중에 유통되고 있는 전기강판제품 중 고규소강 제품은 6.5% 규소함량의 무방향성전기강판이 생산 판매되고 있을 뿐으로 이것은 결정립의 방위가 불규칙적으로 배열되어 있어 자화방향별 자성편차가 적은 회전기용으로 이용되지만, 압연방향에서의 자성만을 주로 이용하는 변압기용 등에 우수한 특성을 보이는 방향성전기강판재의 고규소화제품은 아직까지 실용화되지 못하고 있는 실정이다. 따라서 고규소화에 의한 우수한 자기특성을 방향성전기강판을 생산하고자 하는 여러 시도가 진행되고 있는 것으로 알려지고 있으나 생산에 성공하였다는 정보는 아직까지 없다.

【발명이 이루고자 하는 기술적 과제】

<9> 따라서 본 발명은 상술한 종래기술을 해결하기 위하여 마련된 것으로서, 통상의 방향성 전기강판 제조공정에서 얻어지는 탈탄소둔처리된 강판 표면에, 소둔분리제 MgO 에 소정소정의 입도와 조성을 갖는 Fe-Si계 소성분말을 혼합하여 조성된 분말피복제를 슬러리형태로 도포한후 건

조시키고, 이어, 고온확산소둔시 그 소둔조건을 최적화함으로써 우수한 고주파 자기특성을 갖는 고규소 방향성 전기강판 제조방법을 제공함을 그 목적으로 한다.

【발명의 구성 및 작용】

- <10> 상기 목적을 달성하기 위한 본 발명은, 강슬라브를 재가열한후 열간압연하고, 열연판소둔 및 냉간압연으로 그 두께를 조정하며, 탈탄소둔한후 1200℃까지 승온시켜 20시간이상 균열한후 냉각하는 2차재결정소둔하는 공정으로 이루어진 방향성 전기강판 제조공정에 있어서,
- <11> 상기 탈탄소둔처리된 강판 표면에,
- <12> MgO 분말 100중량부; 및 상기 MgO분말 기준으로, 그 입도가 -325mesh이고 Si를 25~70중량% 함유하는 Fe-Si계 소성분말 0.5~85중량부;를 포함하여 조성되는 침규확산용 분말도포제를 슬러리 상태로 도포한후 건조시키고,
- <13> 이어, 700℃이상에서 상기 MgO중 휘발수분이 0.1%이하가 되도록 상기 건조된 강판을 500℃이하의 저온에서 균열하여 MgO중 휘발가능 수화수분(LOI)을 배출하고, 1100℃까지의 승온구간 중에는 100%질소가스 분위기에서 가열하여 침규소량을 0.25%이하로 제어하며, 그 이후, 분위기가스를 10%이하 질소함유 수소분위기로 제어하여 침규확산을 완성하는 고온소둔을 행하는 것을 특징으로 하는 자성이 우수한 고규소 방향성전기강판 제조방법에 관한 것이다.
- <14> 이하, 본 발명을 설명한다.
- <15> 본 발명자는 대량생산이 가능한 냉간압연법을 이용하는 통상의 전기강판 제조공정에서 얻어지는 탈탄소둔이나 탈탄 및 질화처리된 강판 표면에, 소둔분리제인 MgO분말에 소정의 입도와 조성을 갖는 Fe-Si계 소성분말이 혼합된 분말도포제를 슬러리상태로 도포하고, 이를 마무리 고온

소둔중에서 확산소둔함으로써 고규소화와 동시에 이차재결정에 의한 자기적특성도 완성되어 자기적 특성이 극히 우수한 방향성 전기강 제조될 수 있음을 대한민국 특허출원 제2002-69648호로 제시한 바 있다.

<16> 이 특허출원에서는 표면결합 발생없이 고규소 방향성 전기강판을 제조하기 위해서는, 그 침규제로서 사용되는 Fe-Si계 소성분말의 조성 및 입도를 최적으로 제어함과 아울러, 이들 소성분말은 소정비로 소둔분리제 MgO에 혼합될 것을 제시하고 있다.

<17> 그런데 본 발명의 추가적인 연구결과에 의하면, 상술한 침규화를 위한 분말의 조성뿐만 아니라 그 최종 소둔조건 여하에 따라 제조된 전기강판의 자기특성이 달라짐을 확인하였다. 즉, 마무리 소둔공정에서의 분위기조건, 온도등을 최적으로 제어할 경우, 2차재결정 완성 뿐만 아니라 침규화의 완성으로 자기특성이 우수한 방향성 전기강판을 용이하게 제조할 수 있음을 발견하고 본 발명을 제시하는 것이다.

<18> 먼저, 본 발명에서 이용하는 침규를 위한 분말도포제를 설명한다.

<19> 본 발명에서는, Si성분의 확산속도를 보다 늦추기 위해 Si금속 단독분말을 침규화를 위한 분말도포제로 사용하지 않고 Si금속이 Fe금속과 결합된 화합물형태인 FeSi_2 , FeSi , Fe_5Si_3 또는 Fe_3Si 상태의 Fe-Si계 화합물형태로 만들어 침규화를 분말도포제의 기본성분으로 이용한다. 상기 Fe-Si계 분말은 Fe분말과 Si분말을 상호 혼합하여 질소나 수소 또는 수소와 질소의 혼합가스하에서 1000~1200℃의 온도에서 5~10시간 소성하여 제조할 수 있으나, 본 발명은 이에 특별히 제한되는 것은 아니며 다양한 방법으로 그 제조가 가능한 것이다.

- <20> 이때 Fe 분말과 Si분말의 배합량에 따라 소성분말의 화합물성분이 변화되며, 이론적으로는 50%Si+50%Fe시의 경우 FeSi_2 의 화합물이 생성되며, 34%Si+66%Fe시에는 FeSi의 화합물이, 25%Si+75%Fe시에는 Fe_5Si_3 의 화합물로, 14%Si+86%Fe시에는 Fe_3Si 의 화합물로 존재하게 된다. 그러나 실제 소성시에는 초기 혼합상태에 따라 여러 화합물이 조금씩 혼재되어 있을 수 있다.
- <21> 본 발명에서는 이렇게 얻어진 Fe-Si계 소성분말에서 Si성분 함량을 25~70중량%로 제한한다. 만일 Si함량이 25% 미만이면, Si자체 함량이 너무 적어 확산속도가 너무 느릴 수 있으며, 또한 자체 밀도가 커서 현장에서 소재표면에 코팅작업시 분산성이 저조할 수 있다. 그리고 Si함량이 70%를 초과하면 주성분이 FeSi_2 및 과잉의 금속Si상의 혼합물로 존재하므로 금속Si성분이 소재표면에 접촉되어 확산소둔시 표면에 결합부 생성가능성이 크며, 아울러 침규량의 제어가 어려워질 수 있다.
- <22> 따라서 본 발명에서는 Si성분의 확산속도를 보다 늦추기 위해, Si금속 단독분말을 침규확산용 도포제로 사용하지 않고 Si금속이 Fe금속과 결합된 화합물형태인 FeSi_2 , FeSi, Fe_5Si_3 또는 Fe_3Si 상태의 Fe-Si계 소성분말을 만들어 이를 침규제의 기본성분으로 이용함이 바람직함을 알 수 있다.
- <23> 그리고 상기와 같이 제조된 Fe-Si계 소성분말을 소둔분리제 MgO 분말과 혼합하여 전기강판의 도포제로 사용하는 경우, 이러한 혼합분말을 슬러리상태로 만들어 이를 롤코터를 이용하여 강판 표면에 코팅함이 생산현장에서 가장 경제적이다. 그런데 침규제인 Fe-Si계 소성분말 입도가 가능한 미세하여야 현장에서의 코팅작업시 도포작업성이 우수해지고 확산반응시의 소재의 표면형상 관리측면에서도 유리하다. 그러나 상기 소성반응이 끝난 Fe-Si계 소성분말은 고온장시간

반응에서 다소 상호 용착된 반덩어리 상태로 있으므로 그 분말의 입도를 미세하게 관리해야 할 필요가 있다.

<24> 따라서 본 발명에서는 이를 고려하여 상기와 같이 마련된 Fe-Si계 소성분말의 입경을 미세화 함이 바람직하다. 이러한 분말의 입도크기가 미세화 될수록 슬러리상태로의 상호 분산성이 좋아서 현장 도포작업시 코팅성이 우수해 지고, 또한 이와 같이 그 입도가 미세한 Fe-Si계 소성 분말을 강판 표면에 도포함으로서 소재와 금속분말과의 표면 접촉면적, 즉 상호 반응면적을 단 판으로 접촉시에 비하여 30%이하로 축소시킬 수 있다. 다만 미립 분말화 작업시의 생산성 및 미립화 비용을 고려하여 그 입도를 -325mesh로 한정하는 것이 보다 바람직하다.

<25> 또한, 본 발명의 분말도포제는 상기와 같이 마련된 Fe-Si계 소성분말을 소둔분리제인 MgO분말 에 혼합되어 조성된다. 구체적으로, 본 발명의 분말도포제는, 소둔분리제의 주성분인 MgO 100중량부에, 상기 Fe-Si계 소성분말 0.5~85중량부를 혼합하여 조성된다. 이때, 그 소성분말의 첨가량이 0.5%미만이면 침규량이 거의 없거나 너무 적고, 또한 85%를 초과하면 MgO와의 분산 성이 나빠서 소둔시의 도포량 관리가 어렵고, 소재 위치 부위별 침규량 관리가 어려워 바람직 하지 않다.

<26> 다음으로, 상술한 분말도포제를 이용한 본 발명의 방향성 전기강판 제조공정을 설명한다.

<27> 본 발명은 강슬라브제조, 재가열한후 열간압연, 열연판소둔 및 냉간압연으로 두께조정, 탈탄소 둔, 2차재결정을 위한 고온소둔 및 최종 절연코팅공정으로 이루어진 통상적인 방향성 전기강판

제조공정을 이용할 수 있다. 또한 본 발명은 열연판소둔이 생략되는 공정에도 적용할 수 있으며, 탈탄소둔과 함께 질화처리를 수행하는 공정에서도 적용할 수 있다.

<28> 본 발명은 전기강판 제조에 사용되는 초기 강슬라브의 조성성분에 제한되는 것은 아니나, 상기 강슬라브는 적어도 Si를 2.9~3.3중량% 함유하고 있음이 바람직하다. 왜냐하면 그 함유량이 2.9%미만에서는 철손특성이 나빠지고, 3.3%를 초과하면 강이 취약해져 냉간압연성이 극히 나빠지기 때문이다.

<29> 보다 바람직하게는, 상기 강슬라브는 중량%로, C: 0.045~0.062%, Si: 2.9~3.3%, Mn: 0.08~0.16%, Al: 0.022~0.032%, 및 N: 0.006~ 0.008%, 잔여 철 및 불가피한 불순물을 포함하여 조성된 것이다.

<30> 본 발명에서는 상기 강슬라브를 열간압연성과 자기적특성 확보측면을 고려하여 1150℃~1200℃의 범위에서 재가열하고, 이어 열간압연하여 2.0~2.3mm두께의 열간압연판을 만든다. 그리고 1100℃이하의 온도에서 열연판소둔을 하고, 산세 및 냉간압연으로 최종두께인 0.20~0.30두께로 조정하며, 0.20mm제품의 경우 2회의 열연판소둔과 냉간압연으로 최종두께까지 조절한다. 이후, 암모니아가스가 포함된 수소 및 질소혼합의 습윤분위기하의 840~890℃부근에서 동시 탈탄 및 질화처리를 행함으로써 탈탄 및 질화소둔처리된 강판을 얻을 수 있다. 다만, 이러한 제조공정은 이미 잘 알려진 통상적인 공정조건으로서 본 발명은 이러한 구체적인 공정조건에 제한되는 것은 아니다.

- <31> 본 발명에서는 이와 같은 탈탄소둔처리된 강판을 소지강판으로 이용하는데, 이러한 소지강판의 표면에는 얇은 산화층이 형성되어 있다. 그런데 이러한 산화층은 침규확산 소둔공정중 상호 확산반응의 방해막으로 작용하여 소재내로의 Si원자의 확산량을 줄이는 역할을 하므로 철손특성이 우수한 전기강판 제조에 보다 유리하게 작용할 수 있다.
- <32> 구체적으로, 상기 MgO에 Fe-Si계 소성분말을 혼합하여 마련된 분말도포제를 물에 분산시켜 슬러리상태로 제조한후, 이를 롤코팅으로 상기 탈탄 및 질화소둔처리된 강판의 표면에 도포한후 건조시키며, 이후 권취하여 대형코일을 제조한다. 이때, 그 건조온도를 200~700℃로 제한함이 바람직하다.
- <33> 이후, 본 발명은 상기 건조된 강판을 통상적인 조건으로 최종 마무리 고온소둔시킨다. 즉, 본 발명은, 승온속도 10~20℃/hr로 가열하여 1200℃까지 승온시키고, 계속하여 1200℃에서 20시간 이상 균열한후 냉각하는 통상적인 2차재결정 소둔공정을 이용할 수 있다. 다만, 본 발명에서는 2차재결정 완성 및 침규화에 따른 보다 우수한 자기특성을 갖는 고규소 방향성 전기강판을 제조하기 위해서 후술하는 바와 같이, 마무리 고온소둔 조건을 제어할 것이 요구된다.
- <34> 먼저, 본 발명에서는 최고의 특성의 방향성 제품을 얻기 위해, 700℃이상에서 소둔분리제 MgO중 휘발수분이 0.1%이하가 되도록 상기 건조된 강판을 500℃이하의 저온에서 균열하여 MgO중 휘발가능 수화수분(LOI)을 배출할 것이 요구된다. 이때의 휘발 수분은 고온에서 확산 주성분인 Fe-Si계 소성분말과 반응하여 Si성분의 표면에 SiO₂계의 산화물을 만들어 이후 확산반응시의

확산능을 소실 될 수 있으므로 최상의 확산능 확보를 위해서 휘발 수분(LOI)의 0.1%관리가 극히 중요하다.

<35> 또한 본 발명에서는 승온시작으로 부터 1100℃까지의 승온구간중에는 100%질소가스 분위기에서 가열하여 침규소량을 0.25%이하로 가능한 최소화되도록 제어함이 바람직하다.

<36> 이러한 온도구간에서 소분분위기를 100%질소가스 분위기로 제어하는 것은, 이러한 분위기하에서 도포제중 Si성분이 강판내로 확산되는 것을 억제하고, 이에 따라 Si 확산에 따라 2차재결정 형성이 방해되는 것을 효과적으로 막을 수 있기 때문이다. 그리고 이때, 그 침규량을 0.25%이하로 제한하는데, 이는 침규량이 과도하면 자성이 열화되거나 더 심하면 이차재결정자체가 불안정하여 미세 그레인을 갖는 열등한 제품을 얻을 수 있기 때문이다.

<37> 상기 2차재결정이 종료된 1100℃ 이후에는, 분위기가스를 10%이하 질소함유 수소분위기에서 소둔하여 침규소화의 극대화하여 목표 규소함량으로 조정한다.

<38> 그리고 상기 고온소둔 처리된 강판의 표면의 미반응 조성물을 산용액으로 제거한 다음에 마그네슘, 알루미늄 및 칼슘의 혼합인산염과 콜로이드실리카성분에 미량의 무수크롬산으로 구성된 절연코팅제를 도포함으로써 하며, 최고의 자성을 갖는 고규소 방향성 전기강판 제품을 얻을 수 있다.

<39> 상술한 바와 같이, 본 발명은 소둔분리제 MgO에 Fe-Si계 소성분말을 혼합하여 조성된 침규제를 슬러리 형태로 강판에 도포한후 이를 고온확산소둔시킴에 있어서, MgO중 수분량, 소둔분위

기가스 및 침규량등을 제어함으로써 우수한 자기특성을 갖는 방향성 전기강판 제품을 제조할 수 있는 것이다.

<40> 이하, 실시예를 통하여 본 발명을 보다 상세히 설명한다.

<41> (실시예 1)

<42> 중량%로, Si : 3.20%, C : 0.045%, P : 0.014%, 용존 Al : 0.027%, N : 0.0075%, S : 0.005%, Mn : 0.10%, Cu : 0.12%, 잔부 Fe 및 불가피하게 혼입되는 불순성분을 포함하여 조성되는 강슬라브를 1150℃의 온도에서 재가열하고, 1100℃의 온도에서 열연판소둔한후 산세하였다. 이어, 그 최종두께가 0.23mm가 되도록 열연판을 냉간압연을 실시하였다. 그리고 이러한 냉연판을 암모니아가스 0.5%가 함유된 수소 및 질소의 혼합가스 습윤분위기하에서 880℃ 소둔온도로 동시 탈탄질화처리를 행하여 탈탄소둔판을 얻었다.

<43> 이어, 상기와 같이 마련된 탈탄소둔판에, MgO 100중량부에 대하여, 그 입도가 -325mesh이고 50%Si을 함유한 Fe-Si계 소성분말 25중량부를 혼합하여 조성된 침규제 조성물을 물에 분산시켜 슬러리상태로 만든 후, 이를 롤코타로 강판 표면에 도포하였으며, 이후, 700℃이하의 온도에서 건조한 다음 권취하여 대형코일로 만들었다.

<44> 상기와 같이 권취된 강판을 2차재결정에 의한 자성 확보 및 침규소화를 위해 하기 표 1과 같이 최종 마무리 고온소둔을 실시하였다. 구체적으로, 600℃이하의 온도에서 일정시간 저온균열을 포함하여 승온속도를 시간당 15℃로 가열하여 1200℃까지 승온하하고, 이어, 1200℃에서 25시

간 균열한 후 냉각하는 열사이클을 거치는 과정에서의 제반 고온소둔조건을 하기 표 1과 같이 달리하였다. 한편, 이러한 소둔과정중 700℃에서 일부시편을 떼내어 침규도포제중 MgO의 휘발수분(LOI)을 조사하였으며, 1100℃에서도 취출하여 소재중의 Si량 증가량을 조사하여 그 결과를 또한 표 1에 나타내었다.

<45> 그리고 이렇게 고온소둔처리된 강판표면의 미반응물들을 염산용액으로 제거한후, 마그네슘, 알루미늄 및 칼슘의 혼합인산염과 콜로이달실리카성분에 미량의 무수크롬산으로 구성된 절연코팅제를 도포하여 절연피막층을 형성하여 최종 방향성 전기강판 제품을 제조하였다.

<46> 상기와 같이 제조된 제품들의 소재Si함량과 자기적 특성을 조사하였으며, 자기적 특성은 단판 측정기로 철손값 및 자속밀도(B8)값을 조사하여 그 결과를 표 1에 나타내었다. 여기서 소둔분리 피복조성물의 도포상태는 코팅물의 외관상태를 육안으로 관찰한 결과이며, 제품의 철손 $W_{17/50}$ 은 50Hz, 1.7Tesla에서의 철심손실을, $W_{5/1000}$ 은 1000Hz, 0.5Tesla에서의 철심손실을 나타내며, 자속밀도 B8은 800A-turn/m의 자화력을 받았을 때 발생하는 단위면적당의 자속수를 Tesla로 나타내며, 그리고 소재 Si량은 습식분석 결과치이다.

<47>

【표 1】

구분	교온소둔 조건						차성			제품Si (%)
	균열온 도 (℃)	균열시 간 (Hr)	LOI, 700℃ (%)	가스 1	가스 2	Si, 1100℃ (%)	B ₈ (Tesla)	W _{17/50} (W/Kg)	W _{5/1000} (W/Kg)	
비교예1	-	-	1.8	25	25	0	1.90	0.91	9.3	3.2
비교예2	400	12	0.4	100	0	0.1	1.89	0.92	9.2	3.4
발명예1	400	20	0.07	100	0	0.18	1.77	0.72	6.4	4.5
발명예2	500	15	0.05	100	0	0.12	1.78	0.71	6.5	4.2
비교예3	500	20	0.02	50	0	1.32	1.76	0.81	7.6	4.7
비교예4	600	12	0.05	10	0	2.4	1.69	0.84	8.1	4.5
비교예5	450	15	0.08	25	25	1.6	1.71	0.77	7.9	4.7
비교예6	450	12	0.09	50	0	0.30	1.77	0.76	7.4	4.5
발명예3	450	12	0.09	100	0	0.22	1.77	0.73	6.4	4.3
발명예4	450	12	0.09	100	10	0.18	1.76	0.72	6.3	4.5
비교예7	450	12	0.09	50	50	0.75	1.72	0.80	7.9	4.9

<48> * 가스1 : 1100℃ 승온까지 소둔가스분위기를 N₂/(N₂+H₂)의 비(%)로 표시

<49> 가스2 : 1100℃ 이후에서 종료시까지 소둔가스분위기를 N₂/(N₂+H₂)의 비(%)로 표시한 것임.

<50> 상기 표 1에 나타난 바와 같이, 700℃에서 측정된 MgO중의 휘발수분(LOI)이 0.1%이하이고,

1100℃까지 100%질소가스하에서 처리하여 Si확산량이 0.25%이하로 최소화 된후 1100℃ 이후

10%이하 질소함유 수소분위기에서 소둔처리한 본 발명예(1~4)에서는 소둔완료후 소재내의 Si량

이 4.2~4.5%까지 침규소화됨과 아울러, W_{17/50}: 0.71~0.72, W_{5/1000}:6.4~6.5의 우수한 철손특성

을 얻을 수 있었다.

<51> 이에 대하여, 700℃에서의 LOI가 높은 비교예(1~2), 분위기가스중 수소함량이 50%로 높아서 1100℃에서의 Si 침규량이 너무 높은 비교예(3), 그리고 높은 저온균열온도 와 분위기수소가스 함량의 과다로 이차재결정완성전에 침규량이 높은 비교예(4)는 모두 그 철손특성이 좋지 않았다.

<52> 또한, 1000℃까지의 승온단계에서 분위가스조건이 본 발명의 범위를 벗어난 비교예(5~7)은 이차재결정종료시까지의 침규량이 과다하여 이차재결정이 불안정하게 종료되고, 이에 따라 자성이 본 발명에 대비 저조하였다.

【발명의 효과】

<53> 상술한 바와 같이, 본 발명은 종래의 일반적인 제조공정법을 이용하면서도, 고온소둔전에 MgO에 소정의 침규확산용 피복조성물을 강판에 도포한 후 고온소둔공정에서 수화수분을 최소화하여 침규소 가능 조성물을 유지시키면서 2차재결정 종료시점까지 침규속도를 최소화로 제어한 후 이후 온도에서 고규소화 확산되도록 제어 함으로서 침규소화와 우수한 자기적특성 확보가 동시 가능한 0.20~0.30mm두께의 고규소 방향성 전기강판을 저원가로 제조할 수 있는 것이다.

【특허청구범위】**【청구항 1】**

강슬라브를 재가열한후 열간압연하고, 열연판소둔 및 냉간압연으로 그 두께를 조정하며, 탈탄소둔한후 2차재결정소둔하는 공정으로 이루어진 방향성 전기강판 제조공정에 있어서,

상기 탈탄소둔처리된 강판 표면에,

MgO 분말 100중량부; 및 상기 MgO분말 기준으로, 그 입도가 -325mesh이고 Si를 25~70중량% 함유하는 Fe-Si계 소성분말 0.5~85중량부;를 포함하여 조성되는 침규확산용 분말도포제를 슬러리상태로 도포한후 건조시키고,

이어, 700℃이상에서 상기 MgO중 휘발수분이 0.1%이하가 되도록 상기 건조된 강판을 500℃이하의 저온에서 균열하여 MgO중 휘발가능 수화수분(LOI)을 배출하고, 1100℃까지의 승온구간중에는 100%질소가스 분위기에서 가열하여 침규소량을 0.25%이하로 제어하며, 그 이후, 분위기가스를 10%이하 질소함유 수소분위기로 제어하여 침규확산을 완성하는 고온소둔을 행하는 것을 특징으로 하는 자성이 우수한 고규소 방향성전기강판 제조방법

【청구항 2】

제 1항에 있어서, 상기 Fe-Si계 소성분말은 복합화합물형태의 분말인 것을 특징으로 하는 고규소 방향성전기강판 제조방법

【청구항 3】

제 1항에 있어서, 상기 강슬라브는 Si를 2.9~3.3중량% 함유하고 있음을 특징으로 하는 고규소 방향성 전기강판 제조방법.